

## Best Available Copy

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-087771

(43)Date of publication of application : 31.03.1997

(51)Int.Cl. C22C 1/02  
 C22C 1/02  
 B22D 1/00  
 B22D 17/20  
 B22D 17/22  
 C22C 21/06  
 // B22D 17/00

(21)Application number : 07-252762

(71)Applicant : UBE IND LTD

(22)Date of filing : 29.09.1995

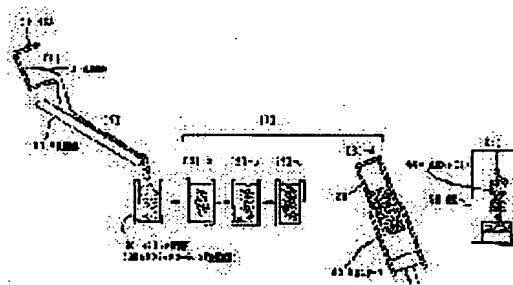
(72)Inventor : SATO SATOSHI  
 ADACHI MITSURU

## (54) PRODUCTION OF HALF-MELTED ALUMINUM-MAGNESIUM ALLOY

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for producing a half-melted Al-Mg alloy capable of simply and easily obtaining a molded body having a fine and spherical thixo structure at a low cost without depending on the conventional mechanical stir ring method and electromagnetic stirring method.

**SOLUTION:** While a semi-melted Al-Mg alloy M in a liq. state of the liquidus temp. or above having crystal nuclei or a semi-melted Al-Mg alloy in a solid-liq. coexistent state of the molding temp. or above having crystal nuclei is cooled to a molding temp. showing a prescribed liq phase ratio in a heat insulating vessel 30 having insulating effect, it is held for 5sec to 60min to crystallize fine primary crystals in the semi-melted Al-Mg alloy liq. The semi-melted alloy is fed to a die 50 for molding, and pressure molding is executed.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

\* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The manufacture approach of the half-melting aluminum-Mg alloy for pressing characterized by to make a primary phase detailed in liquid crystallize in this alloy liquid by holding for [ for / 5 seconds / - ] 60 minutes, cooling to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase in the heat insulation container which has adiabatic efficiency for the aluminum-Mg alloy of the liquid condition beyond the liquidus-line temperature which has a crystalline nucleus, or the aluminum-Mg alloy of the solid-liquid coexistence condition more than the molding temperature which has a crystalline nucleus.

[Claim 2] The generation method of a crystalline nucleus is the manufacture approach of the half-melting aluminum-Mg alloy according to claim 1 carried out to contacting the alloy molten metal held in the degree of superheat to liquidus-line temperature at less than 300 degrees C on the front face of the fixture of temperature lower than the melting point of this alloy.

[Claim 3] The fixture contacted to a molten metal is the manufacture approach of a half-melting aluminum-Mg alloy according to claim 2 of considering as a metal fixture, the fixture made from a nonmetal, the metal fixture that applied the nonmetal material containing a semi-conductor to the front face, or the metal fixture which compounded the nonmetal material containing a semi-conductor, and having enabled it to make this fixture cooling from the interior or the exterior of this fixture.

[Claim 4] The claim 1 publication to which it is supposed that vibration is given to the aluminum-Mg alloy molten metal which contacts either a fixture or a heat insulation container and both in generation of a crystalline nucleus, or the manufacture approach of a half-melting aluminum-Mg alloy according to claim 2.

[Claim 5] The claim 1 publication which used the aluminum-Mg alloy as the hypoeutectic aluminum-Mg alloy containing Mg below the maximum solid-solution limit, or the manufacture approach of a half-melting aluminum-Mg alloy according to claim 2.

[Claim 6] The manufacture approach of the half-melting aluminum-Mg alloy according to claim 5 which used the aluminum-Mg alloy as the aluminum-Mg alloy which added 0.3% - 2.5% for Si.

[Claim 7] The claim 5 publication which used the aluminum-Mg alloy as the aluminum-Mg alloy which added Be 0.0005% to 0.003%, or the manufacture approach of a half-melting aluminum-Mg alloy according to claim 6.

[Claim 8] The claim 5 publication which used the aluminum-Mg alloy as the aluminum-Mg alloy which added Ti 0.005% to 0.3% for B 0.001% to 0.02% thru/or the manufacture approach of a half-melting aluminum-Mg alloy according to claim 7.

[Claim 9] The manufacture approach of a half-melting aluminum-Mg alloy according to claim 8 of filling a direct heat insulation container with the aluminum-Mg alloy molten metal which held the degree of superheat to liquidus-line temperature at less than 100 degrees C, without using a fixture.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

#### [0001]

[Field of the Invention] The aluminum-Mg alloy of the liquid condition beyond the liquidus-line temperature which this invention requires for the manufacture approach of a half-melting aluminum-Mg alloy, and has a crystalline nucleus especially, Or the aluminum-Mg alloy of the solid-liquid coexistence condition more than the molding temperature which has a crystalline nucleus is set in the heat insulation container which has adiabatic efficiency. By holding for [ for / 5 seconds / - ] 60 minutes, it is related with the manufacture approach of the half-melting aluminum-Mg alloy for pressing of generating a detailed primary phase in liquid, cooling to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase.

#### [0002]

[Description of the Prior Art] The CHIKUSO cast method is a technique which has an advantage, like there are few casting defects and segregations compared with the conventional casting, a metal texture is uniform, and a \*\*\*\*\* and a molding cycle have a short mold life, and attracts attention recently. The billet used in this fabricating method (A) is characterized by the balling-up organization obtained by carrying out machine churning and electromagnetic stirring in a half-melting temperature field, or using the recrystallization after processing. On the other hand, how to carry out half-melting shaping using the material by the conventional casting is also learned. This is the approach (B) of adding Zr, in order to produce and cheat out of a still more detailed crystal in the Magnesium alloy which is easy to generate equiaxed grain, and the approach (C) of using a carbon system detailed-ized agent. Moreover, it is an approach (D) to add the former for an aluminum-5%Ti-1%B hardener twice to about 10 times as a detailed-ized agent in an aluminium alloy, and is the approach of heating the material obtained by these approaches in a half-melting temperature region, making a primary phase spheroidize, and fabricating. Moreover, after heating comparatively quickly to the temperature near the solidus line to the alloy within a solid-solution limit, in order to make temperature of the whole material into homogeneity and to prevent local melting, the approach (E) of heating gently and fabricating to the suitable temperature to which an ingredient becomes soft exceeding the solidus line, is learned. On the other hand, the LEO cast method (F) which fabricates it as it is is learned, without unlike the approach of carrying out the temperature up of the billet and fabricating it to a half-melting temperature field, generating the melt containing a spherical primary phase continuously, and once solidifying as a billet.

#### [0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, in any [ of the approach of using the agitating method and recrystallization ] case, the approach of (A) mentioned above is complicated, and has the difficulty that a manufacturing cost becomes high. Moreover, in an aluminium alloy like an aluminum-Mg alloy, only by adding a detailed-ized agent, the magnitude of crystal grain is about 500 micrometers, and it is not easy to obtain the organization of detailed crystal grain 100 micrometers or less. For this reason, although there is the approach (D) of adding a detailed-ized agent so much, it is [ that a detailed-ized agent tends to sediment to a blast furnace bottom ] industrially difficult, and cost is also high. Furthermore, by the approach of (E), after exceeding the solidus line, the CHIKUSO fabricating method characterized by heating gently and attaining homogeneity heating and balling-up of a material is proposed, but even if it heats the usual dendrite organization, it does not change to a CHIKUSO organization (the primary phase dendrite is spheroidizing). And in order to carry out half-melting shaping also in which CHIKUSO fabricating method of (A) - (E), it is necessary to once solidify the liquid phase and to carry out the temperature up of the billet to a half-melting temperature field again, and becomes cost quantity compared with the conventional casting. Moreover, although it is more advantageous than the CHIKUSO cast also cost-wise and in energy in order to carry out generation supply of the melt which contains a spherical primary phase by the approach of (F) continuously, the facility-linkage with the machine which manufactures the metal raw material which consists of a spherical organization and the liquid phase, and the casting machine which manufactures a final product is complicated. This invention aims easy simple at offering the manufacture approach of a half-melting aluminum-Mg alloy of having a detailed primary phase for carrying out pressing, without moreover taking a complicated approach, without using a billet paying attention to the trouble of the above-mentioned conventional all directions method.

#### [0004]

[Means for Solving the Problem] The aluminum-Mg alloy of the liquid condition beyond the liquidus-line temperature which has a crystalline nucleus by the 1st invention in this invention in order to solve such a

trouble, Or the aluminum-Mg alloy of the solid-liquid coexistence condition more than the molding temperature which has a crystalline nucleus is set in the heat insulation container which has adiabatic efficiency. By holding for [ for / 5 seconds / - ] 60 minutes, it carried out to making a primary phase detailed in liquid crystallize in this aluminum-Mg alloy liquid, cooling to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase. Moreover, in the 2nd invention, it carried out to contacting the alloy molten metal held [ generation method / of the crystalline nucleus in the 1st invention ] in the degree of superheat to liquidus-line temperature at less than 300 degrees C to the fixture of temperature lower than the melting point of this alloy. Furthermore, it considers as the metal fixture which applied to the front face the nonmetal material which contains a metal fixture, the fixture made from a nonmetal, or a semi-conductor for the fixture of the 2nd invention, or the metal fixture which compounded the nonmetal material containing a semi-conductor, and enabled it to make this fixture cool from the interior or the exterior of this fixture in the 3rd invention. Moreover, in the 4th invention, we decided to give vibration to the aluminum-Mg alloy molten metal which contacts either a fixture or a heat insulation container and both in generation of a crystalline nucleus. In the 5th invention, the aluminum-Mg alloy of the 1st invention or the 2nd invention was used as the hypoeutectic aluminum-Mg alloy containing Mg below a solid-solution limit. Moreover, in the 6th invention, the hypoeutectic aluminum-Mg alloy of the 5th invention was used as the aluminum-Mg alloy which added Si 0.3% to 2.5%. Moreover, in the 7th invention, the hypoeutectic aluminum-Mg alloy of the 5th invention or the 6th invention was used as the aluminum-Mg alloy which added Be 0.0005% to 0.003%. Furthermore, in the 8th invention, the hypoeutectic aluminum-Mg alloy of the 5th invention thru/or the 7th invention was used as the aluminum-Mg alloy which added Ti 0.003% to 0.3% for B 0.0005% to 0.01%. And the degree of superheat [ as opposed to liquidus-line temperature for the hypoeutectic aluminum-Mg alloy molten metal of the 8th invention ] was held at less than 100 degrees C, and it was made to flow into a direct heat insulation container in the 9th invention, without using a fixture.

[0005]

[Embodiment of the Invention] The half-melting aluminum-Mg alloy made to generate a detailed granular primary phase in liquid is obtained by holding for [ for / 5 seconds / - ] 60 minutes, cooling the aluminum-Mg alloy of the solid-liquid coexistence condition more than the molding temperature which has the aluminum-Mg alloy and crystalline nucleus of a liquid condition more than the liquidus line which has a crystalline nucleus to molding temperature in the heat insulation container which has adiabatic efficiency. The Plastic solid of a homogeneous organization is acquired by supplying and carrying out pressing of this alloy of this half-melting condition to a molding die.

[0006]

[Example] Hereafter, the detail of the example of this invention is explained based on a drawing. The copy Fig. of the microphotography which the metal texture mimetic diagram of each process which drawing 1 - drawing 6 required for the example of this invention, showed the process explanatory view in which drawing 1 shows from manufacture of the half-molten metal of an aluminum-Mg alloy to shaping, and drawing 2 in the process explanatory view from generation of a granular primary phase to shaping, and showed drawing 3 to drawing 2, and drawing 4 show an aluminum-Mg binary-system-alloy equilibrium diagram to, and drawing 5 shows the metal texture of the example of this invention, and drawing 6 are the copy Figs. of the microphotography in which the metal texture of the example of a comparison is shown.

[0007] In this invention, as shown in drawing 1 and drawing 4, first the molten metal of an aluminum-Mg alloy which held the degree of superheat at less than 300 degrees C to (1) liquidus line Make the fixture of temperature lower than the melting point of the alloy contact, and a crystalline nucleus is generated in liquid. Or the degree of superheat to (2) liquidus-line temperature fills the heat insulation container which has adiabatic efficiency directly without a fixture with the molten metal of the aluminum-Mg alloy containing the element to which generation of the crystalline nucleus held at less than 100 degrees C is urged, and sets it in the heat insulation container. To the predetermined rate of the liquid phase, it is below liquidus-line temperature, and many detailed granular primary phases are generated by holding for [ for / 5 seconds / - ] 60 minutes in the condition of temperature higher than eutectic temperature or solidus-line temperature, and the half-melting aluminum-Mg alloy of the predetermined rate of the liquid phase is obtained. The predetermined rate of the liquid phase means the quantitative ratio of the liquid phase suitable for pressing. Die casting, By high pressure casting, such as squeeze casting, the rate of the liquid phase is 30% - 70% (at less than 30%, the moldability of a material is inferior) preferably 20% to 90%. Since the material is soft at 70% or more, handling presupposes that a uniform organization becomes difficult to get, and it is not only difficult, but may be 0.1% - 50% (there is \*\*\*\*\* which the ununiformity of an organization produces at 50% or more) preferably 0.1% to 70% by the extrusion method or the forging method. Moreover, the heat insulation container as used in the field of this invention is used as the metallicity container which applied to the front face the nonmetal material which considers as a metallicity container or a nonmetallic container, or contains a semi-conductor, or the metallicity container which compounded the nonmetal material containing a semi-conductor, and heating or cooling of the interior or the exterior of this container to this container is possible for it.

[0008] Specifically, an activity is done with the procedure as follows. The metal M which is the perfect liquid into which it was put in RADORU 10 in the process [1] of drawing 2 and drawing 3 is set at a process [2]. (a) Flow into the container 30 (ceramic-coating container 30A) made from a ceramic which is made to generate a crystalline germ using the fixture 20 for cooling from a low-temperature molten metal (for the element which

promotes crystal nucleation if needed to be added), and has adiabatic efficiency. Or the alloy directly under the liquidus line poured into the heat insulation container 30 (or 30A) which has adiabatic efficiency for the low-temperature molten metal of melting point right above containing (b) detailed histogenesis promotion element directly which contains many crystalline nuclei by the approach of \*\*\*\*\* is obtained. Next in a process [3], this alloy is held in the state of half-melting in this heat insulation container 30 (or 30A). In the meantime, from the introduced crystalline germ, an overly detailed non-dendrite-like primary phase generates ([3]-a), and it grows up as a granular primary phase along with the increment in the rate of solid phase accompanying the temperature fall of melt ([3]-c). Thus, after inserting the metal M which has the obtained predetermined rate of the liquid phase in the injection sleeve 40 of dies casting like for example, [3]-d, pressing is carried out within metal mold cavity 50a of a die-cast machine, and mold goods are obtained.

[0009] The difference between drawing 1, drawing 2, this invention shown in drawing 3 and the conventional CHIKUSO cast method, and LEO cast method \*\* is clearer than drawing. Namely, in this invention, the primary phase crystallized in the half-melting temperature field is compulsorily made crushing detailed neither by machine churning nor electromagnetic stirring like a conventional method. It crystallizes with the crystalline nucleus as the starting point introduced into liquid with a temperature fall in a half-melting temperature field, and the holding time in eutectic temperature. It is that by which the primary phase of a large number which grow is granulated continuously (heating maintenance may sometimes be carried out from the outside if needed) by the heating value which the alloy itself has. Moreover, since the process of the fritting deliquescence by the re-temperature up of the billet in the CHIKUSO cast method is skipped, it is a very simple approach. The reason for numerical limitation shown by the casting conditions set up in each process mentioned above, i.e., the teeming process to the fixture 20 for cooling shown in drawing 1, generation of a primary phase, and each of a granulation process, granulation conditions and the 2nd invention, the 6th invention, the 7th invention, the 8th invention, and 9th invention is explained below.

[0010] If casting temperature is high 300 degrees C or more to the melting point, in the case where the skin temperature of a fixture 20 is more than the melting point, there will be little karyogenesis of (1) crystal, the rate of the crystalline nucleus which remains since the temperature of the molten metal M when flowing into the heat insulation container which moreover has (2) adiabatic efficiency is higher than the liquidus line will also be low, and the size of a primary phase will become large. For this reason, the degree of superheat to the liquidus line makes casting temperature less than 300 degrees C, and it makes skin temperature of a fixture lower than the melting point of an alloy. in addition, the thing for which the degree of superheat to the liquidus line is made into less than 100 degrees C — moreover, it can consider as more detailed primary phase size by making temperature of a fixture 20 lower 50 degrees C or more than the melting point of Alloy M. There are two kinds in case a fixture 20 moves in the inside of the case (a molten metal is passed to the inclined fixture 20) where a fixture 20 is made to move a molten metal M as an approach of contacting a molten metal M in the front face of a fixture, and a molten metal. In addition, although the fixture said here means what gives a cooling operation to a molten metal in case a molten metal flows down, it may replace with this, for example, the tubed pipe of a hot-water supply machine may be used. The heat insulation container 30 holding the molten metal which fell directly under the liquidus line shall have adiabatic efficiency, in order to make it the rate of the liquid phase which makes granular the generated primary phase and he wishes after predetermined time. The quality of the material is not limited, and has heat retaining property, and, moreover, what has bad wettability with a molten metal is desirable. Moreover, the container exterior can be made into predetermined ambient atmospheres (an inert atmosphere, reduced pressure ambient atmosphere, etc.) in order to prevent oxidation of fritting fusion gold, in using a ceramic container with permeability as a heat insulation container 30. Moreover, in order to plan antioxidizing, it is desirable to add Be to a metal molten metal beforehand. In addition, the configuration where it is not limited to tubed and was suitable for the method of fabricating subsequent is possible for the configuration of the heat insulation container 30. Moreover, you may make it supply to the injection sleeve made from a ceramic instead of a heat insulation container directly. If the holding time in the heat insulation container 30 is less than 5 seconds, it is difficult for making it the temperature which shows the rate of the liquid phase to wish to generate a granular primary phase easily. The granular primary phase and eutectic structure which generated on the other hand when the holding time exceeded 60 minutes become coarse, and a mechanical property deteriorates. For this reason, the holding time is made into 5 seconds – 60 minutes. In addition, it is not easy for the deformation resistance at the time of shaping to obtain the mold goods of good high quality in high pressure casting, if the rate of the liquid phase in front of shaping is less than 20%. Moreover, if 90% is exceeded, the mold goods which have a uniform organization cannot be obtained. For this reason, as for the rate of the liquid phase at the time of shaping, it is desirable to consider as 20% – 90% as mentioned above. Furthermore, by making the rate of the liquid phase of parenchyma 30% – 70%, it is still more homogeneous and the pressing of the shaping material of high quality can be carried out easily. As a means which carries out pressing, it is not limited to the high pressure casting process represented by squeeze casting and die casting, and the various approaches of carrying out pressing, such as an extrusion method and the forging method, are included.

[0011] If the temperature of a molten metal can be reduced, the quality of the material is not limited, but the fixtures 20 to which a molten metal M is contacted are metals, such as copper especially with high thermal conductivity, a copper alloy, aluminum, and an aluminium alloy, and since the fixture 20 by which cooling management was carried out so that it could moreover maintain below to fixed temperature generates many

Moreover, primary phase size is also large. In the example 12 of a comparison, short moreover, the holding time within the ceramic container 30 is acquired only for a primary phase big and rough since the rate of the liquid phase is high, and since the rate of the liquid phase is high, many component segregations occur. The example 13 of a comparison fills a direct heat insulation container with an elevated-temperature molten metal, and is made to solidify it as it is, and as shown in drawing 6 , many big and rough dendrite-like primary phases are seen. On the other hand, in the examples 1-8 of this invention, the homogeneous organization which has detailed granular primary phase about 100 micrometers or less suitable for pressing as shown in drawing 5 is obtained.

[0015]

[Effect of the Invention] The alloy of the liquid condition beyond the liquidus-line temperature which has (1) crystalline nucleus by the manufacture approach of the half-melting aluminum-Mg alloy concerning this invention so that clearly also from having explained above, Or the alloy of the solid-liquid coexistence condition more than the molding temperature which has a crystalline nucleus is set in the heat insulation container which has adiabatic efficiency. By holding for [ for / 5 seconds / - ] 60 minutes, cooling to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase Or by contacting the alloy molten metal held in the degree of superheat to (2) liquidus-line temperature at less than 300 degrees C to the fixture of temperature lower than the melting point of this alloy, a crystalline nucleus is generated, detailed and the granulated primary phase are generated in the liquid of this alloy, and it holds to the predetermined rate of the liquid phase. By supplying and carrying out pressing of this alloy of a melting condition to a molding die the second half, it is not based on the conventional machine agitating method and an electromagnetic-stirring method, but the Plastic solid which has a detailed and granular organization by low cost easily simple is acquired. Moreover, the degree of superheat to liquidus-line temperature can generate detailed and the granulated primary phase similarly by pouring out directly the aluminum-Mg alloy molten metal containing the element to which generation of the crystalline nucleus held at less than 100 degrees C is urged into a heat insulation container without a fixture, and holding for [ for / 5 seconds / - ] 60 minutes, cooling to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIP I are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the process explanatory view showing the shaping approach of the half-molten metal of the aluminum-Mg alloy concerning this invention.

[Drawing 2] It is a process explanatory view from generation of the granular primary phase concerning this invention to shaping.

[Drawing 3] It is the metal texture mimetic diagram of each process shown in drawing 2 .

[Drawing 4] It is the aluminum-Mg system equilibrium diagram of 2 yuan concerning this invention.

[Drawing 5] It is the microphotography in which the metal texture of this invention is shown.

[Drawing 6] It is the microphotography in which the metal texture of the example of a comparison is shown.

[Description of Notations]

10 RADORU

20 Fixture

30 Heat Insulation Container (Container made from Ceramic)

30A Ceramic-coating metal vessel

40 Injection Sleeve

50 Metal Mold

50a Metal mold cavity

M Metal (molten metal)

t Temperature

T Time amount

---

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-87771

(43)公開日 平成9年(1997)3月31日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 C 1/02	5 0 1		C 2 2 C 1/02	5 0 1 B
	5 0 3			5 0 3 J
B 2 2 D 1/00			B 2 2 D 1/00	Z
17/20			17/20	D
17/22			17/22	Q
審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 8 頁) 最終頁に続く				

(21)出願番号 特願平7-252762

(22)出願日 平成7年(1995)9月29日

(71)出願人 000000206

宇部興産株式会社

山口県宇部市西本町1丁目12番32号

(72)発明者 佐藤 智

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地

宇部興産株式会社宇部機械・エンジニアリング事業所内

(72)発明者 安達 充

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地

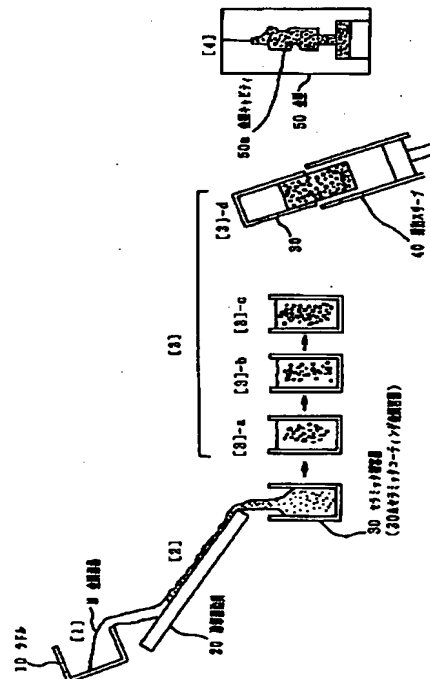
宇部興産株式会社宇部機械・エンジニアリング事業所内

(54)【発明の名称】 半熔融Al-Mg合金の製造方法

(57)【要約】

【課題】 従来の機械攪拌法や電磁攪拌法によらず、簡便容易に、かつ、低コストで微細かつ球状のチクソ組織を有する成形体が得られる半熔融Al-Mg合金の製造方法を提案するものである。

【解決手段】 結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の半熔融Al-Mg合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の半熔融Al-Mg合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、液中に微細な初晶を該半熔融Al-Mg合金液中に晶出させ、該半熔融Al-Mg合金を成形用金型に供給して加圧成形するものである。





## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 結晶核を有する液相線温度以上の液体状態のAl-Mg合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態のAl-Mg合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、液中に微細な初晶を該合金液中に晶出させることを特徴とする加圧成形用の半熔融Al-Mg合金の製造方法。

【請求項2】 結晶核の生成方法は、液相線温度に対して過熱度を300℃未満に保持された合金溶湯を該合金の融点よりも低い温度の治具の表面に接触させることとする請求項1記載の半熔融Al-Mg合金の製造方法。

【請求項3】 溶湯に接触させる治具は、金属製治具または非金属製治具、あるいは半導体を含む非金属材料を表面に塗布した金属製治具、もしくは半導体を含む非金属材料を複合させた金属製治具とし、かつ、該治具の内部あるいは外部から該治具を冷却させることができるようにした請求項2記載の半熔融Al-Mg合金の製造方法。

【請求項4】 結晶核の生成を、治具または断熱容器のいずれか、もしくは両方に接触するAl-Mg合金溶湯に振動を与えることとする請求項1記載または請求項2記載の半熔融Al-Mg合金の製造方法。

【請求項5】 Al-Mg合金を、最大固溶限以下のMgを含む亜共晶Al-Mg合金とした請求項1記載または請求項2記載の半熔融Al-Mg合金の製造方法。

【請求項6】 Al-Mg合金を、Siを0.3%～2.5%を添加したAl-Mg合金とした請求項5記載の半熔融Al-Mg合金の製造方法。

【請求項7】 Al-Mg合金を、Beを0.0005%～0.003%添加したAl-Mg合金とした請求項5記載または請求項6記載の半熔融Al-Mg合金の製造方法。

【請求項8】 Al-Mg合金を、Bを0.001%～0.02%、Tiを0.005%～0.3%添加したAl-Mg合金とした請求項5記載ないし請求項7記載の半熔融Al-Mg合金の製造方法。

【請求項9】 液相線温度に対する過熱度を100℃未満に保持したAl-Mg合金溶湯を、治具を使用することなく直接断熱容器に注ぐ請求項8記載の半熔融Al-Mg合金の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は半熔融Al-Mg合金の製造方法に係り、特に、結晶核を有する液相線温度以上の液体状態のAl-Mg合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態のAl-Mg合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持す

ることにより、液中に微細な初晶を発生させる加圧成形用の半熔融Al-Mg合金の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】チクソキャスト法は、従来の鑄造法に比べて鑄造欠陥や偏析が少なく、金属組織が均一で、金型寿命が長いことや成形サイクルが短いなどの利点があり、最近注目されている技術である。この成形法(A)において使用されるピレットは、半熔融温度領域で機械攪拌や電磁攪拌を実施するか、あるいは加工後の再結晶を利用することによって得られた球状化組織を特徴とするものである。これに対して、従来鑄造法による素材を用いて半熔融成形する方法も知られている。これは、例えば、等軸晶を発生しやすいマグネシウム合金においてさらに微細な結晶を生じせしめるためにZrを添加する方法(B)や炭素系微細化剤を使用する方法(C)であり、またアルミニウム合金において微細化剤としてAl-5%Ti-1%B母合金を従来の2倍～10倍程度添加する方法(D)であり、これらの方法により得られた素材を半熔融温度域に加熱し初晶を球状化させ成形する方法である。また、固溶限以内の合金に対して、固相線近くの温度まで比較的急速に加熱した後、素材全体の温度を均一にし局部的な溶融を防ぐために、固相線を越えて材料が柔らかくなる適当な温度まで緩やかに加熱して成形する方法(E)が知られている。一方、ピレットを半熔融温度領域まで昇温し成形する方法と異なり、球状初晶を含む融液を連続的に生成し、ピレットとして一旦固化することなく、そのままそれを成形するレオキャスト法(F)が知られている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上述した(A)の方法は攪拌法や再結晶を利用する方法のいずれの場合も煩雑であり、製造コストが高くなる難点がある。また、Al-Mg合金のようなアルミニウム合金においては、単に微細化剤を添加するだけでは、結晶粒の大きさは500μm程度であり、100μm以下の微細な結晶粒の組織を得ることは容易ではない。このため、多量に微細化剤を添加する方法(D)があるが、微細化剤が炉底に沈降しやすく工業的には難しく、かつコストも高い。さらに、(E)の方法では固相線を越えてから緩やかに加熱して素材の均一加熱と球状化を図ることを特徴とするチクソ成形法が提案されているが、通常のデンドライト組織を加熱してもチクソ組織(初晶デンドライトが球状化されている)には変化しない。しかも

(A)～(E)のいずれのチクソ成形法においても半熔融成形するために、一旦液相を固化しそのピレットを再度半熔融温度領域まで昇温する必要がある、従来鑄造法に比べてコスト高になる。また、(F)の方法では、球状の初晶を含む融液を連続的に生成供給するため、コスト的、エネルギー的にもチクソキャストより有利である

が、球状組織と液相とからなる金属原料を製造する機械と最終製品を製造する鑄造機との設備的連動が煩雑である。本発明は、上述の従来の各方法の問題点に着目し、ピレットを使用することなく、しかも、煩雑な方法をとることなく、簡便容易に、加圧成形するための微細な初晶を有する半溶融A1-Mg合金の製造方法を提供することを目的とするものである。

#### 【0004】

【問題点を解決するための手段】このような問題点を解決するために、本発明においては、第1の発明では、結晶核を有する液相線温度以上の液体状態のA1-Mg合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態のA1-Mg合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、液中に微細な初晶を該A1-Mg合金液中に晶出させることとした。また、第2の発明では、第1の発明における結晶核の生成方法を、液相線温度に対して過熱度を300℃未満に保持された合金溶湯を該合金の融点よりも低い温度の治具に接触させることとした。さらに、第3の発明では、第2の発明の治具を、金属製治具または非金属製治具、あるいは半導体を含む非金属材料を表面に塗布した金属製治具、もしくは半導体を含む非金属材料を複合させた金属製治具とし、かつ、該治具の内部あるいは外部から該治具を冷却させることができるようにした。また、第4の発明では、結晶核の生成を、治具または断熱容器のいずれか、もしくは両方に接触するA1-Mg合金溶湯に振動を与えることとした。第5の発明では、第1の発明や第2の発明のA1-Mg合金を、固溶限以下のMgを含む亜共晶A1-Mg合金とした。また、第6の発明では、第5の発明の亜共晶A1-Mg合金を、Siを0.3%～2.5%添加したA1-Mg合金とした。また、第7の発明では、第5の発明や第6の発明の亜共晶A1-Mg合金を、Beを0.0005%～0.003%添加したA1-Mg合金とした。さらに、第8の発明では、第5の発明ないし第7の発明の亜共晶A1-Mg合金を、Bを0.0005%～0.01%、Tiを0.003%～0.3%添加したA1-Mg合金とした。そして、第9の発明では、第8の発明の亜共晶A1-Mg合金溶湯を、液相線温度に対する過熱度を100℃未満に保持し、治具を使用することなく直接断熱容器に注ぐようにした。

#### 【0005】

【発明の実施の形態】結晶核を有する液相線以上の液体状態のA1-Mg合金や結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態のA1-Mg合金を、断熱効果を有する断熱容器の中で成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することによって、液中に微細な粒状の初晶を発生させた半溶融A1-Mg合金が得られる。この半溶融状態の該合金を成形用金型に供給して加圧成形することに

より、均質な組織の成形体が得られる。

#### 【0006】

【実施例】以下、図面に基づいて本発明の実施例の詳細について説明する。図1～図6は本発明の実施例に係り、図1はA1-Mg合金の半溶融金属の製造から成形までを示す工程説明図、図2は粒状初晶の生成から成形までの工程説明図、図3は図2に示した各工程の金属組織模式図、図4はA1-Mg二元合金平衡状態図、図5は本発明例の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図、図6は比較例の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【0007】本発明においては、図1、図4に示すように、まず、(1)液相線に対して過熱度を300℃未満に保持したA1-Mg合金の溶湯を、その合金の融点よりも低い温度の治具に接触させて液中に結晶核を発生させ、あるいは、(2)液相線温度に対する過熱度は100℃未満に保持した結晶核の生成を促す元素を含むA1-Mg合金の溶湯を、治具を使用せず直接に断熱効果を有する断熱容器に注ぎ、その断熱容器内において、所定の液相率まで、液相線温度以下でかつ共晶温度あるいは固相線温度より高い温度の状態に5秒間～60分間保持することで微細な粒状の初晶を多数発生させ、所定の液相率の半溶融A1-Mg合金を得る。所定の液相率とは、加圧成形に適する液相の量比を意味し、ダイカスト鑄造、スクイズ鑄造などの高圧鑄造では液相率は20%～90%、好ましくは30%～70%（30%未満では素材の成形性が劣り、70%以上では素材が柔らかいためハンドリングが難しいばかりでなく、均一な組織が得難くなる）とし、押出法や鍛造法では0.1%～70%、好ましくは0.1%～50%（50%以上では組織の不均一が生じる惧れがある）とする。また、本発明でいう断熱容器とは、金属性容器または非金属性容器とするか、あるいは半導体を含む非金属材料を表面に塗布した金属性容器、もしくは半導体を含む非金属材料を複合させた金属性容器とし、かつ、該容器の内部あるいは外部から該容器の加熱または冷却が可能なるものである。

【0008】具体的には以下のとおりの手順により作業を進める。図2および図3の工程[1]においてラドル10内に入れられた完全液体である金属Mを工程[2]において、(a)冷却用治具20を用いて低温溶湯（必要に応じて結晶核生成を促進する元素を添加）から結晶核を発生させ断熱効果を有するセラミック製容器30（セラミックコーティング容器30A）に注ぐ、または、(b)微細組織生成促進元素を含む融点直上の低温溶湯を直接、断熱効果を有する断熱容器30（または30A）に注ぐ、のいずれかの方法により多数の結晶核を含む液相線直下の合金を得る。つぎに工程[3]において、該断熱容器30（または30A）において該合金を半溶融状態で保持する。この間、導入された結晶核から超微細な非デンドライト状初晶が生成し（[3]-a）、融体の温度低下に伴う固相率の増加につれて粒状

の初晶として成長する（〔3〕-c）。このようにして得られた所定の液相率を有する金属Mを、例えば〔3〕-dのようにダイキャストの射出スリーブ40に挿入した後ダイカストマシンの金型キャビティ50a内で加圧成形して成形品を得る。

【0009】図1、図2、図3に示す本発明と従来のチクソキャスト法、レオキャスト法、の違いは図より明らかである。すなわち、本発明では従来法のように、半熔融温度領域で晶出した初晶を機械攪拌や電磁攪拌で強制的に破碎微細化することではなく、液中に導入された結晶核を起点として半熔融温度領域での温度低下および共晶温度での保持時間とともに晶出、成長する多数の初晶が合金自身が持っている熱量により（必要に応じて外部から加熱保持されることも有りうる）連続的に粒状化されるものであり、また、チクソキャスト法におけるピレットの再昇温による半熔融化の工程が省かれているため極めて簡便な方法である。上述した各工程、すなわち図1に示す冷却用治具20への注湯工程、初晶の生成、粒状化工程のそれぞれにおいて設定された鑄造条件、粒状化条件および第2の発明、第6の発明、第7の発明、第8の発明および第9の発明で示した数値限定理由について以下に説明する。

【0010】鑄造温度が融点に対して300℃以上高ければ、あるいは治具20の表面温度が融点以上の場合では、（1）結晶の核発生が少なく、しかも、（2）断熱効果を有する断熱容器に注がれた時の溶湯Mの温度が液相線よりも高いために残存する結晶核の割合も低く、初晶のサイズが大きくなる。このため、鑄造温度は液相線に対する過熱度が300℃未満とし、治具の表面温度は、合金の融点よりも低くする。なお、液相線に対する過熱度を100℃未満とすることにより、また、治具20の温度を合金Mの融点よりも50℃以上低くすることにより、より微細な初晶サイズとすることができる。治具20に溶湯Mを接触させる方法としては、治具の表面を溶湯Mを移動させる場合（傾斜した治具20へ溶湯を流す）と溶湯中を治具20が移動する場合の2種類がある。なお、ここで言う治具とは、溶湯が流下する際に冷却作用を溶湯に与えるものを言うが、これに代えて、例えば、給湯機の筒状パイプを使用してもよい。液相線直下に低下した溶湯を保持する断熱容器30は、発生した初晶を粒状にし所定時間後に希望する液相率にするために、断熱効果を有するものとする。その材質は限定されるものでなく、保温性を有し、しかも、溶湯との濡れ性が悪いものが好ましい。また、通気性のあるセラミック容器を断熱容器30として使用する場合には、半熔融合金の酸化を防止するために、容器外部を所定の雰囲気（不活性雰囲気、減圧雰囲気など）にすることができる。また、酸化防止を図るためにあらかじめ金属溶湯にBeを添加することが望ましい。なお、断熱容器30の形状は筒状に限定されるものではなく、その後の成形法

に適した形状が可能である。また、断熱容器でなくセラミック製の射出スリーブへ直接投入するようにしてもよい。その断熱容器30での保持時間が5秒未満であれば、希望する液相率を示す温度にすることが容易ではなく、また粒状の初晶を生成することが困難である。一方、保持時間が60分を越えると生成した粒状初晶や共晶組織が粗くなり機械的性質が低下する。このため保持時間は5秒～60分とする。なお、高圧鑄造では、成形直前の液相率が20%未満であれば成形時の変形抵抗が高く良好な品質の成形品を得ることが容易でない。また、90%を越えると均一な組織を有する成形品を得ることができない。このため、前述したとおり成形時の液相率は20%～90%とすることが好ましい。さらに、実質の液相率を30%～70%にすることにより、さらに均質でかつ高品質の成形材を容易に加圧成形できる。加圧成形する手段としては、スクイズ鑄造法やダイキャスト鑄造法に代表される高圧鑄造法に限定されるものではなく、押出法、鍛造法などの加圧成形する種々の方法が含まれる。

【0011】溶湯Mを接触させる治具20は、溶湯の温度を低下させることができるものであればその材質を限定するものではないが、特に熱伝導率の高い銅、銅合金、アルミニウム、アルミニウム合金などの金属で、しかも一定の温度以下に維持できるように冷却管理された治具20は結晶核を多く生成するので好ましい。なお、溶湯Mが治具20に接触した時に固体状に金属が治具20に付着するのを防ぐために非金属材料を塗布するのは効果的である。塗布する方法としては、機械的、化学的、あるいは物理的方法のいずれでも構わない。

【0012】Siは、生成した粒状初晶の球状化を促進するために添加する。Siは、0.3%未満では粒状化促進効果が期待できず、また2.5%を越えて添加しても機械的性質を悪くするばかりで球状化の効果をそれ以上期待できないため、Siは0.3%～2.5%とする。治具20により溶湯Mを冷却する過程で、特にAl-Mg合金のような酸化しやすい合金では、酸化物の巻き込みが発生したり、溶湯が樋状の冷却治具を流下する途中で厚い酸化皮膜を形成して流動性が低下する。このような溶湯の酸化を防止するために、Beを添加する。Beは、0.0005%未満では酸化防止効果は小さく、0.003%を越えて添加してもそれ以上の酸化防止効果は期待できずコストが高くなるので、Beは0.0005%～0.003%とする。治具20に溶湯Mを接触させることにより結晶核を多数含む液相線以下の半熔融合金を得ることは可能であるが、（1）さらに多数の結晶核を発生させ均一で微細な組織を得るために、あるいは、（2）液相線に対する過熱度を100℃未満にした溶湯を用いて、治具に接触させることなく結晶核を多数含む液相線以下の半熔融合金を得るために、Ti、Bを添加する。Tiは、0.005%未満では微細化効

果は小さく、0.3%を越えれば粗大なTi化合物を生じ延性が低下するので、Tiは0.005%~0.3%とする。Bは、Tiと相まって微細化を促進するが、0.001%未満であれば微細化効果は小さく、0.02%を越えて添加してもそれ以上の効果を期待できないので、0.001%~0.02%とする。なお、本発明のAl-Mg合金は、強度改善のために、1%以下のMnおよび0.5%以下のCuを添加することができる。治具20を用いずに微細な初晶を得る場合には、液相線に対する過熱度を100℃未満にするのは、断熱効果を有する断熱容器30に注いだ合金を、結晶核を有する液\*

\* 体状態、または結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態にするためである。注がれた断熱容器30内の溶湯の温度が高ければ、一度生成した結晶核の再溶解あるいは初晶の粗大化が起こり、希望する半溶融組織が得られない。また、所定の液相率まで温度が低下するために時間がかかりすぎ能率が悪く、注がれた溶湯Mの湯面が酸化されるため不都合である。表1に半溶融金属の製造条件および組織観察による評価の結果を示す。

【0013】

【表1】

	No.	合金組成	鋳造温度 (℃)	冷却治具 有無	冷却温度 (℃)	容器内温度 (℃)	保持時間 (分)	内部偏析	平均初晶 サイズ(μm)	備 考
本 発 明 例	1	Al-5%Mg	660	有	35	634	4	○	105	
	2	Al-5%Mg	660	有	45	635	4	○	75	0.015%Ti, 0.003%B添加
	3	Al-5%Mg-2.5%Si	650	有	35	624	4	○	80	0.015%Ti, 0.003%B添加, 融点626℃
	4	Al-10%Mg	630	有	45	605	4	○	95	
	5	Al-5%Mg	640	無	—	625	4	○	100	0.1%Ti, 0.01%B添加
	6	Al-10%Mg	610	無	—	597	3	○	95	0.1%Ti, 0.01%B添加
	7	Al-5%Mg	660	有	30	635	4	○	105	振動(100Hz, 振幅0.1mm)
	8	Al-5%Mg	660	有	27	633	4	○	80	水冷冷却治具使用
比 較 例	9	Al-5%Mg	660	有	650	640	8	×	450	治具の温度が高い
	10	Al-10%Mg	650	有	35	675	14	×	500	鋳造温度が高い
	11	Al-5%Mg	660	有	40	635	70	○	320	保持時間が長い
	12	Al-5%Mg	660	有	40	635	0.03	×	70	保持時間が短い、液相率高い
	13	Al-5%Mg	680	無	—	650	—	×	500	常温金属製(非断熱)容器使用

Al-5%Mg 融点 631℃

\* 1 デンドライト状の初晶

内部偏析: ○少ない, ×多い

Al-10%Mg 融点 602℃

\* 2 粒状+デンドライト状の初晶

【0014】比較例9では、溶湯Mを接触させる治具20の温度が高すぎるために結晶核の発生が少なく、このために微細な初晶が得られず、粗大な初晶となる。比較例10では、鋳造温度が高すぎるために、セラミック製容器30内において残存する結晶核がほとんどなく、比較例9と同様な現象を示す。比較例11では、保持時間が長いために液相率が少なく成形には適さない。また、初晶サイズも大きい。比較例12では、セラミック容器30内での保持時間が短くしかも液相率が高いために、粗大な初晶しか得られず、また液相率が高いために成分偏析が多く発生する。比較例13は、高温溶湯を直接断熱容器へ注ぎそのまま凝固させたものであり、図6に示すようにデンドライト状の粗大な初晶が多く見られる。一方、本発明例1~8では、図5に示すような、加圧成形に適する約100μm以下の微細な粒状の初晶を有する均質な組織が得られる。

【0015】

【発明の効果】以上説明したことからも明らかなように、本発明に係る半溶融Al-Mg合金の製造方法では、(1) 結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の

合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間~60分間保持することにより、あるいは(2) 液相線温度に対して過熱度を300℃未満に保持された合金溶湯を該合金の融点よりも低い温度の治具に接触させることにより結晶核を発生させて、微細かつ粒状化した初晶を該合金の液中に発生させ、所定の液相率まで保持する。その後半溶融状態の該合金を成形用金型に供給して加圧成形することにより、従来の機械攪拌法、電磁攪拌法によらず、簡便容易に、かつ、低コストで微細かつ粒状の組織を有する成形体が得られる。また、液相線温度に対する過熱度は100℃未満に保持した結晶核の生成を促す元素を含むAl-Mg合金溶湯を治具を使用せず直接に、断熱容器の中に注ぎ、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間~60分間保持することにより、同様に、微細かつ粒状化した初晶を発生させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るAl-Mg合金の半溶融金属の成

形方法を示す工程説明図である。

【図2】本発明に係る粒状初晶の生成から成形までの工程説明図である。

【図3】図2に示した各工程の金属組織模式図である。

【図4】本発明に係るAl-Mg2元系平衡状態図である。

【図5】本発明の金属組織を示す顕微鏡写真である。

【図6】比較例の金属組織を示す顕微鏡写真である。

【符号の説明】

10 ラドル

\* 20 治具

30 断熱容器（セラミック製容器）

30A セラミックコーティング金属容器

40 射出スリーブ

50 金型

50a 金型キャビティ

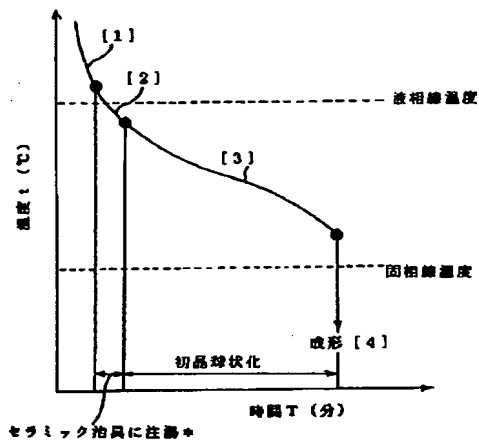
M 金属（溶湯）

t 温度

T 時間

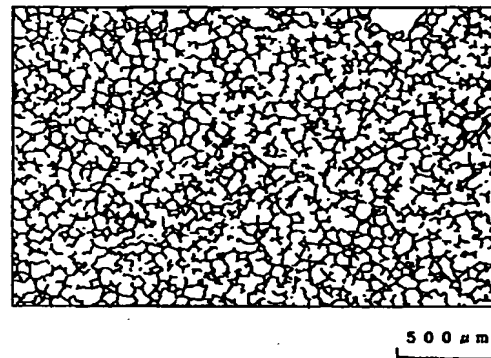
\*10

【図1】

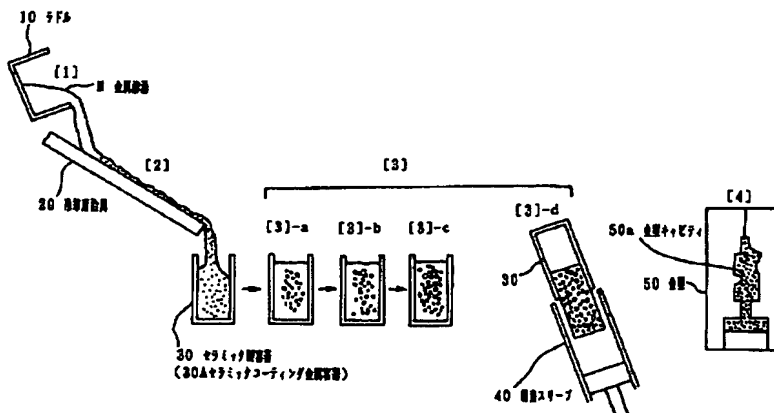


\* 冷熱治具を使用する場合と  
使用しない場合がある

【図5】

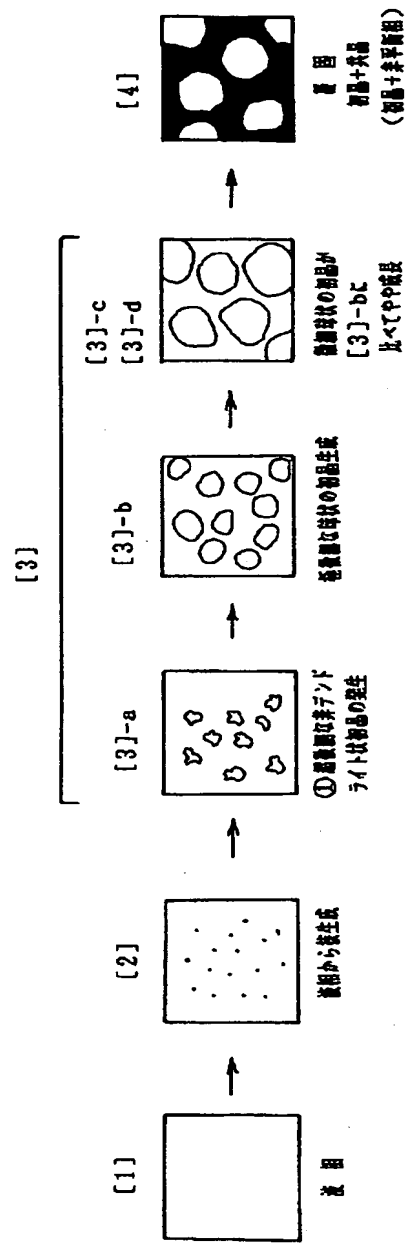


【図2】

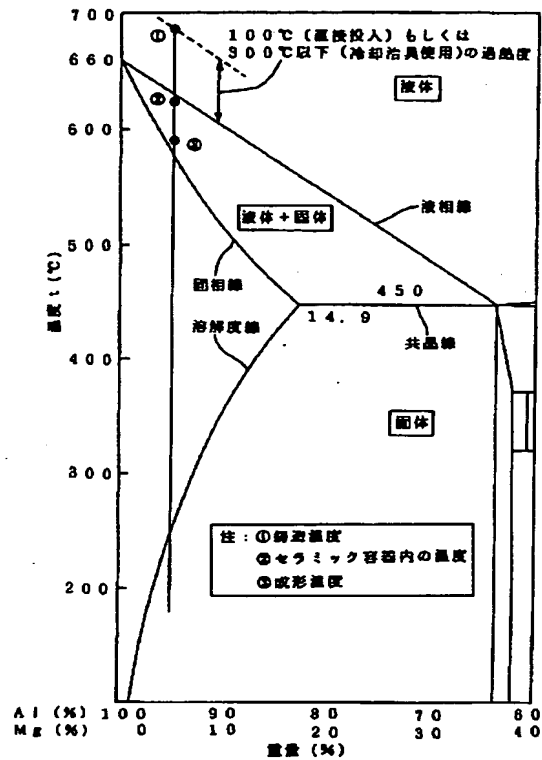


(7)

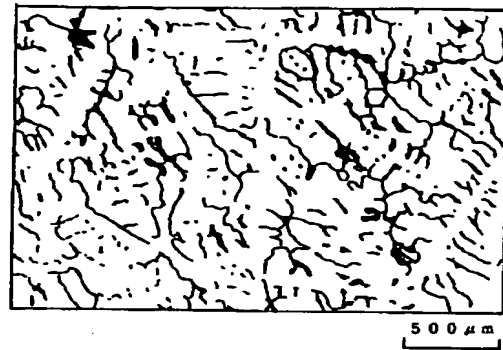
【図3】



【図4】



【図6】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>6</sup>  
C 22 C 21/06  
// B 22 D 17/00

識別記号 庁内整理番号

F I  
C 22 C 21/06  
B 22 D 17/00

技術表示箇所

Z

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**